#### IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: Hidemitsu AOKI et al.

Conf .:

Appl. No.:

NEW NON-PROVISIONAL

Group:

Filed:

November 21, 2003

Examiner:

Title:

LIQUID COMPOSITION FOR CLEANING HYDROPHOBIC SUBSTRATE

AND CLEANING

METHOD THEREWITH

#### CLAIM TO PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450

November 21, 2003

Sir:

Applicant(s) herewith claim(s) the benefit of the priority filing date of the following application(s) for the above-entitled U.S. application under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55:

Country

Application No.

Filed

JAPAN

2002-348204

November 29, 2002

Certified copy(ies) of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

745 South 23<sup>rd</sup> Street Arlington, VA 22202 Telephone (703) 521-2297

BC/maf

Attachment(s): 1 Certified Copy(ies)

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2002年11月29日

出願番号

特願2002-348204

Application Number: [ST. 10/C]:

[JP2002-348204]

出 願 人

Applicant(s):

NECエレクトロニクス株式会社 イーケーシー・テクノロジー株式会社

2003年10月 8日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 今井康



【書類名】 特許願

【整理番号】 74112783

【提出日】 平成14年11月29日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C11D 1/00

H01L 21/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区下沼部1753番地 NECエレ

クトロニクス株式会社内

【氏名】 青木 秀充

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区下沼部1753番地 NECエレ

クトロニクス株式会社内

【氏名】 富盛 浩昭

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区下沼部1753番地 NECエレ

クトロニクス株式会社内

【氏名】 笠間 佳子

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号 R&Dビジ

ネスパークビルD棟3階 イーケーシー・テクノロジー

株式会社内

【氏名】 能條 治輝

【特許出願人】

【識別番号】 302062931

【氏名又は名称】 NECエレクトロニクス株式会社

【代表者】 戸坂 馨

【特許出願人】

【識別番号】 501119632

【氏名又は名称】 イーケーシー・テクノロジー株式会社

【代表者】

熊坂 敏

【代理人】

【識別番号】

100088328

【弁理士】

【氏名又は名称】 金田 暢之

【電話番号】

03-3585-1882

【選任した代理人】

【識別番号】 100106297

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊藤 克博

【選任した代理人】

【識別番号】 100106138

【弁理士】

【氏名又は名称】 石橋 政幸

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 089681

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0216444

【プルーフの要否】

要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 疎水性基板洗浄用液体組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水滴の接触角が60度以上である表面領域を有する基板の洗 浄に用いられる液体組成物であって、

一分子中に2つ以上のホスホン酸基を有するホスホン酸系キレート剤と、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型の非イオン界面活性剤とを含有し、

当該液体組成物あるいはその希釈水溶液の液滴の前記表面領域に対する接触角が50度以下となる疎水性基板洗浄用液体組成物。

【請求項2】 前記表面領域は低誘電率膜からなる請求項2に記載の疎水性 基板洗浄用液体組成物。

【請求項3】 前記非イオン界面活性剤は、該非イオン界面活性剤を溶解した水溶液の液滴の前記表面領域に対する接触角が50度以下となるものである請求項1又は2に記載の疎水性基板洗浄用液体組成物。

【請求項4】 前記非イオン界面活性剤は、下記一般式(1)

 $R - O - (C H_2 C H_2 O)_n H$  (1)

(式中、Rは炭素数8~22のアルキル基を表し、nは1~30の整数を表す。

で示される請求項3に記載の疎水性基板洗浄用液体組成物。

【請求項5】 前記ホスホン酸系キレート剤は、1ーヒドロキシエチリデンー1,1ージホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、アミノトリメチレンホスホン酸、及びこれらの塩からなる群から選ばれる1種又は2種以上の化合物である請求項1~4のいずれか一項に記載の疎水性基板洗浄用液体組成物。

【請求項6】 p Hが2~6の範囲にある請求項1~5のいずれか一項に記載の疎水性基板洗浄用液体組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、疎水性基板洗浄用液体組成物に関し、特に半導体装置の製造工程における化学的機械的研磨(以下「CMP」という))後の基板洗浄に好適な洗浄液に関する。

## [0002]

## 【従来の技術】

ICの高集積化に伴い、その製造工程において半導体基板上に残留した微量の不純物がデバイスの性能や歩留まりに大きな影響を及ぼすようになり、近年ますます厳しいコンタミネーションコントロールが要求されている。そのため、半導体装置の各製造工程では種々の薬液を用いた洗浄が行われている。

## [0003]

例えば、多層構造を持つ半導体装置の製造工程においては、絶縁膜の平坦化や ダマシン配線の形成を行うためにCMP技術が導入され、このCMP後の洗浄に おいても十分な不純物の除去効果が求められている。

## [0004]

CMPは、ウェハを、定盤に設置されたパッド上に圧力をかけて置き、研磨粒子と化学薬品を含むスラリーを供給しながらウェハと定盤を回転させることにより行われ、スラリー中の研磨粒子の機械的作用と化学薬品の化学的作用によってウェハ表面が平坦化される。このようなCMPを行った後は、ウェハ表面が多量のパーティクルや金属系不純物に汚染される。パーティクルはスラリー中の研磨粒子(シリカやアルミナ等の無機粒子)に由来し、金属系不純物はダマシン配線やビアの形成において研磨された銅等の配線材料に由来する。したがって、次の工程に入る前にこれらの不純物を十分に除去可能な洗浄が必要となる。

#### [0005]

しかしながら、従来の金属除去用の塩酸や硫酸、フッ酸等を用いた酸性洗浄液は銅等の金属配線を腐食しやすい上、パーティクル除去には適さない。一方、アンモニア水等を用いたアルカリ性洗浄液は、パーティクルの除去効果が高いことが知られているが、銅等の金属配線だけでなく絶縁層にもダメージを与えやすい

#### [0006]

そこで、基板表面に露出した金属配線や絶縁層へのダメージを抑えながら、パーティクルや金属系不純物等の不純物を除去するための洗浄技術が提案されている。

#### [0007]

例えば、特許文献1 (特開平10-72594号公報)には、半導体基板上の金属配線を腐食することなく、基板表面の平坦性を損なうことなくパーティクルや金属不純物を除去することを目的として、カルボキシル基を少なくとも1個有する有機酸と、ホスホン酸類の錯化剤とを含んでなる洗浄処理剤が開示されている。

## [0008]

また、特許文献 2 (特開平 1 1 - 1 1 6 9 8 4 号公報) には、泡立ちを抑えながら、半導体基板上に付着した固体状微粒子や油汚れを除去することを目的として、分子中に 2 個以上のホスホン酸基を有する化合物と、特定の非イオン界面活性剤とを含有してなる洗浄剤組成物が開示されている。

## [0009]

また、特許文献3 (特開平11-131093号公報)には、半導体基板上の 金属配線を腐食することなく、また環境への負荷や保存性の問題を起こすことな く、基板上面の金属不純物を除去することを目的として、シュウ酸、シュウ酸ア ンモニウム、ポリアミノカルボン酸類のうちの少なくとも1つを含み、かつフッ 化水素を含まない洗浄液が開示されている。

#### [0010]

また、特許文献4(特開2001-7071号公報)には、半導体基板上の金属配線を腐食することなく、基板上面の金属不純物と粒子を除去することを目的として、縮合リン酸またはリン酸エステル類の分散剤およびアニオン型またはノニオン型の界面活性剤の少なくともいずれか1つと、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸およびそれらのアンモニウム塩からなる群から選択される有機化合物とを含有する洗浄液、並びにさらにポリアミノカルボン酸類のキレート剤を含有する洗浄液が開示されている。

#### [0011]

さらに、特許文献 5 (特開 2 0 0 2 - 2 0 7 8 7 号公報)には、半導体基板表面の銅配線の腐食や酸化を起こすことなく、かつ表面荒れを起こすことなく、表面のパーティクルや金属不純物を除去することを目的として、特定のノニオン性界面活性剤を含んでなる洗浄剤、およびさらに特定の四級アンモニウムを含んでなる洗浄剤が開示されている。また、この洗浄剤のpHを9以上のアルカリ性にすることにより洗浄効果が向上すること、及びホスホン酸類のキレート剤をさらに添加してもよいことが記載されている。

[0012]

【特許文献1】

特開平10-72594号公報

【特許文献2】

特開平11-116984号公報

【特許文献3】

特開平11-131093号公報

【特許文献4】

特開2001-7071号公報

【特許文献 5】

特開2002-20787号公報

[0013]

【発明が解決しようとする課題】

近年、ICの高集積化に伴い配線容量が増大し、これに由来する配線遅延によりデバイスの高速応答化が律速されるようになってきた。そのため、配線材料に銅(Cu)等の低抵抗率材料を用いると同時に、層間絶縁膜や配線間絶縁膜の材料として従来の二酸化シリコンに代えて低誘電率材料を用い、配線容量を低減することが行われている。

 $[0\ 0\ 1\ 4]$ 

ところが、このような低誘電率材料は、従来の二酸化シリコンに比べてぬれ性が低い(疎水性が高い)ため、低誘電率材料からなる膜が露出する基板表面を従来の洗浄剤を用いて洗浄しても十分な洗浄効果を得ることができない。

## [0015]

例えば、低誘電率材料からなる層間絶縁膜をCMPにより平坦化した後に清浄を行う場合、基板表面に洗浄液を振りかける枚葉式の洗浄を行うと、十分にパーティクルを除去することができない。

#### [0016]

また、低誘電率材料を層間絶縁膜に用いたダマシン配線の形成工程にCMPを行い、その後に洗浄を行う場合も同様に十分にパーティクルを除去することができない。配線間の低誘電率材料層上を従来の二酸化シリコン層で被覆している場合であっても、オーバー研磨により下層の低誘電率層が露出しやすく、その露出した領域については十分なパーティクルの除去は困難となる。加えて、このようなダマシン配線の形成工程では銅も研磨するため、その研磨屑に由来する不純物も洗浄により除去する必要がある。

#### $[0\ 0\ 1\ 7]$

そこで本発明の目的は、疎水性表面が露出する基板表面に付着したパーティクルであっても十分に除去でき、さらに金属系不純物も同時に除去できる疎水性基板洗浄用液体組成物を提供することにある。

#### $[0\ 0\ 1\ 8]$

## 【課題を解決するための手段】

本発明は、水滴の接触角が60度以上である表面領域を有する基板の洗浄に用いられる液体組成物であって、

一分子中に2つ以上のホスホン酸基を有するホスホン酸系キレート剤と、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型の非イオン界面活性剤とを含有し、

当該液体組成物あるいはその希釈水溶液の液滴の前記表面領域に対する接触角が50度以下となる疎水性基板洗浄用液体組成物に関する。

## [0019]

また本発明は、前記表面領域は低誘電率膜からなる上記の疎水性基板洗浄用液体組成物に関する。

#### [0020]

また本発明は、前記非イオン界面活性剤は、該非イオン界面活性剤を溶解した

水溶液の液滴の前記表面領域に対する接触角が50度以下となるものである上記の疎水性基板洗浄用液体組成物に関する。

[0021]

また本発明は、前記非イオン界面活性剤は、下記一般式(1)

$$R - O - (C H_2 C H_2 O)_{n} H$$
 (1)

(式中、Rは炭素数8~22のアルキル基を表し、nは1~30の整数を表す。)

で示される上記の疎水性基板洗浄用液体組成物に関する。

[0022]

また本発明は、前記ホスホン酸系キレート剤は、1-ヒドロキシエチリデンー 1,1-ジホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、アミノト リメチレンホスホン酸、及びこれらの塩からなる群から選ばれる1種又は2種以 上の化合物である上記の疎水性基板洗浄用液体組成物に関する。

[0023]

また本発明は、p H が 2 ~ 6 の範囲にある上記の疎水性基板洗浄用液体組成物に関する。

[0024]

【発明の実施の形態】

以下、本発明の好適な実施の形態について説明する。

[0025]

本発明の疎水性基板洗浄用液体組成物(以下「液体組成物」という)は、一分子中に2つ以上のホスホン酸基を有するホスホン酸系キレート剤(以下「ホスホン酸系キレート剤」という)と、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型の非イオン界面活性剤(以下「ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤」という)とを含有するものであり、シリコン基板(表面に酸化膜を有さずシリコン表面が露出するもの)や低誘電率膜(Low-K膜)等の疎水性表面領域を有する基板(以下「疎水性基板」という)のパーティクル汚染および金属汚染を対象とする洗浄に好適である。

[0026]

本発明の液体組成物が適用される疎水性基板とは、水滴の接触角が60度以上である表面領域を有する基板であり、さらには、水滴の接触角が70度以上である表面領域を有する基板である。

## [0027]

水滴の接触角が60度以上、さらには70度以上の表面を形成するものとしては、表面に酸化膜が形成されていないシリコン基板表面やLow-K膜が挙げられる。

## [0028]

Low-K膜としては、その誘電率が4以下の低誘電率の膜を意味し、例えば、芳香族アリールポリマーのような有機膜、MSQ (Methyl Silsesquioxane)やHSQ (Hydrogen Silsesquioxane)等のシロキサン膜、SiOC膜、多孔質シリカ膜などが挙げられ、Black-diamond、SiLK、Lox、LKDなどの商標で呼ばれている。

## [0029]

本発明の液体組成物は、当該液体組成物あるいはその希釈水溶液の液滴が、水滴の接触角が60度以上の表面に対する接触角が50度以下、さらには水滴の接触角が70度以上の表面に対する接触角が50度以下となるように調製されたものである。パーティクルの除去の点から、この接触角は40度以下となるように調整することが好ましく、35度以下がより好ましく、30度以下が特に好ましい。その際、本発明の液体組成物あるいはその希釈水溶液の液滴の接触角は、当該液体組成物中のホスホン酸系キレート剤とポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤との合計含有量が、好ましくは0.01~30質量%、より好ましくは0.01~10質量%、さらに好ましくは0.01~1質量%の範囲内のいずれかの濃度である水溶液について上記接触角の条件を満たすことが望ましい。このような接触角の条件を満たすことにより、洗浄時における疎水性基板表面のぬれ性が向上し、パーティクル及び金属系不純物の優れた除去効果を得ることができる。

## [0030]

なお、本発明における接触角とは、液滴法(温度:25℃、液滴量:0.3 m

L、滴下後から測定までの時間:5秒)によって得られたものをいう。

## [0031]

本発明の液体組成物に含有される、ホスホン酸系キレート剤としては、パーティクル及び金属不純物の除去効果の点から、一分子中にホスホン酸基を2つ以上有するものであることが必要である。化合物の入手容易性や費用の点でホスホン酸基は、一分子中に2つ以上5つ以下有することが好ましい。このようなホスホン酸系キレート剤としては、例えば、1ーヒドロキシエチリデンー1,1ージホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、アミノトリメチレンホスホン酸、ジエチレントリアミンペンタメチレンスルホン酸、トリエチレンテトラアミンヘキサメチレンホスホン酸、及びこれらの塩が挙げられる。また、これらの塩としては、アンモニウム塩が好ましいが、その他に一級~三級の有機アミン塩、四級の有機アンモニウム塩が挙げられる。有機アミン塩と有機アンモニウム塩においては、例えば、窒素原子に結合する有機基はそれぞれ独立に炭素数が1~6の低級アルキル基、炭素数が1~6のヒドロキシ低級アルキル基である。なお、ホスホン酸系キレート剤は、一種単独で用いてもよいし、二種以上を併用してもよい。

## [0032]

これらのホスホン酸系キレート剤中でも洗浄性能や水への溶解性の点から、1 ーヒドロキシエチリデンー1, 1ージホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、アミノトリメチレンホスホン酸、及びこれらの塩からなる群から選ばれる1種又は2種以上の化合物が好ましく、これらの塩としてはアンモニウム塩が好ましい。

#### [0033]

本発明の液体組成物に含有される、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型 界面活性剤としては、当該ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤 を溶解した水溶液の液滴が、水滴の接触角が60度以上あるいは70度以上の表 面に対する接触角が50度以下となるものが好ましく、40度以下となるものが より好ましく、35度以下となるものがさらに好ましく、30度以下となるもの が特に好ましい。その際、この接触角は、ポリオキシアルキレンアルキルエーテ ル型界面活性剤の含有量が、好ましくは0.001~30質量%、より好ましくは0.001~10質量%、さらに好ましくは0.01~1質量%の範囲内のいずれかの濃度である水溶液について上記接触角の条件を満たすことが望ましい。このような接触角の条件を満たす界面活性剤を含有させることにより、液体組成物の疎水性基板に対する接触角を所望の範囲に調整することができる。

## [0034]

本発明に用いられるポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤は、 液体組成物の疎水性基板に対する接触角を所望の範囲に調整でき、ぬれ性を向上 させるだけでなく、前記のホスホン酸系化合物との組み合わせによってパーティ クルの除去効果を向上させることができる。さらに、この界面活性剤を用いた液 体組成物は洗浄時やその他の取り扱い時における発泡性も低い。このような界面 活性剤としては、下記一般式(1)

$$R - O - (C H_2 C H_2 O)_{n} H$$
 (1)

(式中、Rは炭素数8~22のアルキル基を表し、nは1~30の整数を表す。)

で示される化合物を用いることが好ましい。パーティクルの除去効果や水への溶解性等の点から、nは $2\sim2$ 0が好ましく、 $3\sim1$ 5がより好ましい。また、Rは、直鎖であっても分岐していてもよく、パーティクルの除去効果や水への溶解性等の点から、炭素数 $8\sim1$ 8が好ましい。

#### [0035]

本発明の液体組成物は、そのpHを洗浄対象物に応じて適宜調製することができる。金属系不純物をより効果的に除去する観点からは、例えばpH2~6の酸性にすることができる。一方、パーティクルをより効果的に除去する観点からは、例えばpH8~13のアルカリ性にすることができる。なお、本発明の液体組成物はパーティクル除去性能が高く、酸性のものでも優れたパーティクル除去効果が得られるため、酸性とすることにより、十分なパーティクル除去効果を有しながら、優れた金属系不純物の除去効果を有することができる。

#### [0036]

本発明の液体組成物中のホスホン酸系キレート剤の含有量は、0.01~30

質量%が好ましく、0.01~10質量%がより好ましい。また、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤の液体組成物中の含有量は、0.0001~10質量%が好ましく、0.001~1質量%がより好ましい。本発明の液体組成物中のホスホン酸系キレート剤とポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤との含有比率(キレート剤/界面活性剤(質量比))は、例えば1/0.001~1/100の範囲で適宜設定できる。本発明の液体組成物中のホスホン酸系キレート剤とポリオキシアルキレンアルキルエーテル型界面活性剤との合計含有量は、0.01~30質量%が好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~1質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~1質量%がより好ましく、0.01~1質量%がより好ましく、0.01~1質量%がより好ましく、0.01~1度量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ましく、0.01~10質量%がより好ました。液体組成物の濃度および組成が上記の範囲を大きく下回ると所望の洗浄効果を得ることが困難となり、逆に上記範囲を大きく上回るとコスト高となる他、不溶物が生じるといった保存安定性が低下したり、粘性が増大して取り扱いが困難になる場合がある。

#### [0037]

本発明の液体組成物は、所望の特性を損なわない範囲内で、EDTA等の他のキレート剤、他の界面活性剤、無機リン酸等の可溶化剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル等の消泡剤、防腐剤、酸化剤等の他の薬剤を混合していてもよい。

## [0038]

本発明の液体組成物を適用する洗浄方法は特に限定されないが、例えば、基板表面に洗浄液を付与しながら洗浄を行う枚葉式処理において効果的に用いることができる。より具体的には、洗浄液をスプレー状に基板表面に供給しながらブラシを用いて洗浄するブラシスクラブが挙げられる。このブラシスクラブ洗浄においては、回転する基板上に適当な接触圧でブラシを回転・揺動させることにより、洗浄液の効果と相俟ってパーティクルや金属不純物が除去される。

#### [0039]

このような洗浄処理に際して、本発明の液体組成物は、比較的高濃度に調製されたものを、洗浄方法や洗浄条件、洗浄対象に応じて所定の濃度に希釈・調整して用いることができる。洗浄処理時の洗浄液の温度は、洗浄性能や、洗浄液中の薬剤成分の安定性、基板表面へのダメージ、エネルギーコスト、操作性等の点か

ら、10~80℃の範囲で行うことが好ましく、通常、室温から温度コントロールが容易な範囲、例えば20~40℃程度で行うことができる。

[0040]

本発明の液体組成物は、疎水性基板を用いる種々の製造方法や加工処理において行われる洗浄に適用できるが、例えば半導体装置の種々の製造工程の後に行われる洗浄に用いることができる。例えば、Low-K膜を用いて形成された層間絶縁膜の平坦化のために行うCMPの後や、配線材料に銅系金属、配線間絶縁膜にLow-K膜を用いたダマシン配線の形成のためのCMPの後の洗浄において、特に効果的に用いることができる。

[0041]

【実施例】

以下、本発明の具体的態様を例示する。

[0042]

〔接触角の測定〕

接触角の測定は、液滴法により接触角測定装置(協和界面科学(株)製、CA-V型)を用いて、下記の条件で測定した。

[0043]

液滴量: 0. 3 m L、

滴下後から測定までの時間:5秒、

温度:25℃。

[0044]

[パーティクル除去性能の評価]

Low-K膜を成膜したシリコンウェハ(8インチ)を用意し、シリカ粒子(平均粒径0.2 $\mu$ m)を含有する水系スラリー中に60秒間浸漬してウェハ表面をシリカ粒子で汚染させた。この汚染されたウェハ表面を、洗浄液を付与しながらブラシスクラブ洗浄(温度:25 $^{\circ}$ 、時間:1分)を行った。この洗浄の前後において、ウェハ表面に残存しているパーティクルをパーティクルカウンターにより測定した。

[0045]

## [金属不純物の除去性能の評価]

シリコンウェハ(8インチ)上に、Low-K膜としてSiOC膜、金属膜としてTaN膜およびCu膜を順次積層した基板を用意し、これらの基板に対してLow-K膜が露出するまでCMPを行った。これにより、Low-K膜の表面は、研磨粒子およびCuの研磨屑で汚染された状態となる。この汚染されたウェハ表面を、洗浄液を付与しながらブラシスクラブ洗浄(温度:25  $\mathbb C$ 、時間:1 分)を行った。この洗浄前の汚染されたウェハ及び洗浄後のウェハについてそれぞれ、ウェハ表面に残存しているCuをフッ酸水溶液で回収し、原子吸光法によりCuの付着量を求めた。

## [0046]

#### 〔実施例および比較例〕

表1に示す組成の水溶液を調製し、この水溶液を洗浄液として用いて上記に従って洗浄および評価を行った。結果を表1に示す。

# [0047]

 $(9\sim$ 

【表1】

| 表1   |                    |        |           |                      |
|------|--------------------|--------|-----------|----------------------|
|      | 洗浄液の組成             | 接触角    | パーティクル数   | 銅の付着量                |
|      |                    | (°)    | (個/ウェハ面積) | $(atoms/cm^2)$       |
| 実施例1 | 非イオン界面活性剤A 0.1wt%  | 2.9    | 4 5       | 5 × 1 0 <sup>9</sup> |
|      | ホスホン酸系キレート剤 0.1wt% |        |           |                      |
|      | p H 3              |        |           |                      |
| 実施例2 | 非イオン界面活性剤B 0.1wt%  | 2 6    | 9 5       | 5 × 1 0 °            |
|      | ホスホン酸系キレート剤 0.1wt% |        |           |                      |
|      | р н 3              |        |           |                      |
| 比較例1 | シュウ酸 0.1wt%        | &<br>& | >5000     | $3 \times 10^{10}$   |
| 比較例2 | 純水のみ               |        | > 5 0 0 0 | 8 × 1 0 12           |
|      |                    |        |           |                      |

(エチレンオキサイド単位数n=1  $CH - (CH_2) \text{ } VCH_3$ 非イオン界面活性剤A:ポリオキシエチレンラウリルエーテル  $: CH_3 (CH_2) x -$ 非イオン界面活性剤B

 $0 - (CH_2CH_2O)_nH \quad (n=\mp t 5)7, X+Y=9 \sim 11)$ 

ーヒドロキシエチリデンー1,1ージホスホン酸 ホスホン酸系キレート剤:1

Low-K膜:SiOC膜

## 【発明の効果】

以上の説明から明らかなように本発明によれば、疎水性表面領域を有する基板 表面に付着したパーティクルであっても十分に除去でき、さらに金属系不純物の 除去性能にも優れる液体組成物を提供することができる。

## 【書類名】 要約書

# 【要約】

【課題】 疎水性表面が露出する基板表面に付着したパーティクル及び金属系不 純物を効果的に除去可能な洗浄用液体組成物を提供する。

【解決手段】 水滴の接触角が60度以上である表面領域を有する基板の洗浄に 用いられる液体組成物において、一分子中に2つ以上のホスホン酸基を有するホ スホン酸系キレート剤と、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型の非イオン 界面活性剤とを含有させ、当該液体組成物あるいはその希釈水溶液の液滴の前記 表面領域に対する接触角が50度以下となるように調製する。

【選択図】 なし

特願2002-348204

# 出願人履歴情報

識別番号

[302062931]

1. 変更年月日

2002年11月 1日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県川崎市中原区下沼部1753番地

氏 名 NE

NECエレクトロニクス株式会社

特願2002-348204

出願人履歴情報

識別番号

[501119632]

1. 変更年月日

2001年 3月23日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号 R&Dビジネスパ

ークビルD棟3階

氏 名

イーケーシー・テクノロジー株式会社